

DERWENT-ACC-NO: 1994-003122

DERWENT-WEEK: 200269

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Manufacture of non-aqueous electrolyte for secondary battery, involves contacting powder with electrolytic solution, and performing chemisorption or chemical reaction to resulting mixture, to obtain electrolyte

PATENT-ASSIGNEE: SONY CORP[SONY] , TOMIYAMA YAKUHIN KOGYO KK[TOMIN],  
TOYAMA  
YAKUHIN KOGYO KK[TOYAN]

PRIORITY-DATA: 1992JP-0143764 (May 11, 1992) , 2001JP-0306764 (May 11, 1992)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 05315006 A	November 26, 1993	N/A	007	H01M 010/40
JP 2002175835 A	June 21, 2002	N/A	007	H01M 010/40

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 05315006A	N/A	1992JP-0143764	May 11, 1992
JP2002175835A	Div ex	1992JP-0143764	May 11, 1992
JP2002175835A	N/A	2001JP-0306764	May 11, 1992

INT-CL (IPC): H01M010/40

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 05315006A

BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - Manufacture of a non-aqueous electrolyte involves dissolving an electrolyte in a non-aqueous solvent, to obtain an electrolytic solution, contacting a powder with the electrolytic solution such that the free acid content in the electrolytic solution is dried, performing chemisorption or chemical reaction to the resulting mixture, to obtain the non-aqueous electrolyte with free acid content of 100 ppm or less.

DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is included for non-aqueous electrolyte secondary battery, which consists of a negative plate (1) containing an active material mixture layer formed using a carbonaceous material which performs doping and de-doping of lithium to a strip-shaped collector, as negative plate material, a positive electrode (2) containing the active material mixture layer obtained from complex compound of a transition metal and lithium, to strip-shaped collector, and the non-aqueous electrolyte.

USE - For non-aqueous electrolyte secondary battery (claimed).

ADVANTAGE - Since the free acid content of the non-aqueous electrolyte is controlled and reduced to 100 ppm or less, charging and discharging cycle property of the non-aqueous electrolyte secondary battery, high temperature preservation property, self discharge property and stability of electrolyte, are improved. The electrolyte with favorable preservability, is obtained.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows the outline longitudinal cross-sectional view of non-aqueous electrolyte secondary battery. (Drawing includes non-English language text).

Negative plate 1

Positive electrode 2

Separator 3

ABSTRACTED-PUB-NO: JP2002175835A

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

NOVELTY - Manufacture of a non-aqueous electrolyte involves dissolving an electrolyte in a non-aqueous solvent, to obtain an electrolytic solution, contacting a powder with the electrolytic solution such that the free acid content in the electrolytic solution is dried, performing chemisorption or chemical reaction to the resulting mixture, to obtain the non-aqueous electrolyte with free acid content of 100 ppm or less.

DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is included for non-aqueous electrolyte secondary battery, which consists of a negative plate (1) containing an active material mixture layer formed using a carbonaceous material which performs doping and de-doping of lithium to a strip-shaped collector, as negative plate material, a positive electrode (2) containing the active material mixture layer obtained from complex compound of a transition metal and lithium, to strip-shaped collector, and the non-aqueous electrolyte.

USE - For non-aqueous electrolyte secondary battery (claimed).

ADVANTAGE - Since the free acid content of the non-aqueous electrolyte is controlled and reduced to 100 ppm or less, charging and discharging cycle property of the non-aqueous electrolyte secondary battery, high temperature preservation property, self discharge property and stability of electrolyte, are improved. The electrolyte with favorable preservability, is obtained.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows the outline longitudinal cross-sectional view of non-aqueous electrolyte secondary battery. (Drawing includes non-English language text).

Negative plate 1

Positive electrode 2

Separator 3

CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/1 Dwg.1/1

TITLE-TERMS: MANUFACTURE NON AQUEOUS ELECTROLYTIC SECONDARY BATTERY  
CONTACT

POWDER ELECTROLYTIC SOLUTION PERFORMANCE CHEMISORPTION  
CHEMICAL  
REACT RESULT MIXTURE OBTAIN ELECTROLYTIC

DERWENT-CLASS: L03 X16

CPI-CODES: L03-E01C2;

EPI-CODES: X16-B01F; X16-J08;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C2002-177257

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N2002-496818

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-315006

(43)公開日 平成5年(1993)11月26日

(51)Int.Cl.<sup>9</sup>

H 01 M 10/40

識別記号

庁内整理番号

A

Z

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 2(全 7 頁)

(21)出願番号

特願平4-143764

(22)出願日

平成4年(1992)5月11日

(71)出願人 000002185

ソニー株式会社

東京都品川区北品川6丁目7番35号

(71)出願人 000236953

富山薬品工業株式会社

東京都中央区日本橋本町2丁目5番7号

(72)発明者 香野直之

福島県郡山市日和田町高倉字下杉下1-1

株式会社ソニー・エナジー・テック郡山

工場内

(74)代理人 弁理士 小池晃(外2名)

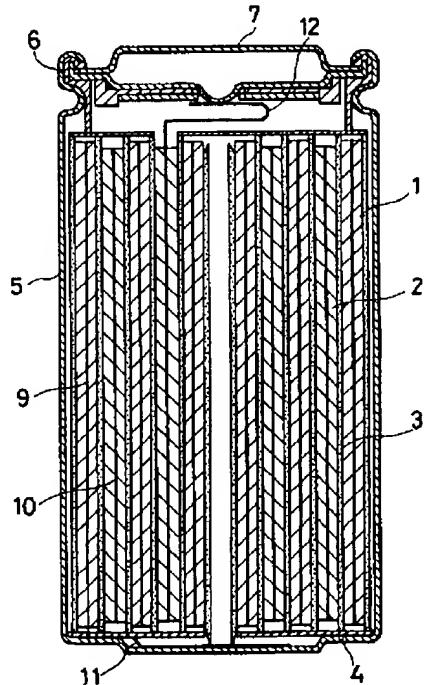
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 非水電解液電池及びその製造方法

(57)【要約】

【構成】 非水電解液電池に使用する非水電解液中の遊離酸分を100 ppm以下に抑える。遊離酸分濃度が100 ppm以下の電解液は、電解溶液をたとえばAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末等に接触させることによって該粉末に遊離酸分を化学吸着させ、除去することにより調製される。

【効果】 充放電サイクル性能、高温保存性能、自己放電性能、電解液の安定性等に優れた非水電解液電池を得ることができる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 リチウムのドープ・脱ドープ可能な炭素質材料よりなる負極と、正極と、非水溶媒に電解質が溶解されてなる非水電解液を有してなる非水電解液電池において、

上記非水電解液の遊離酸分が100 ppm以下であることを特徴とする非水電解液電池。

【請求項2】 非水電解液を調製するに際し、非水溶媒に電解質を溶解して電解質溶液を調製した後、該電解質溶液中の遊離酸分を化学吸着または化学反応により除去することを特徴とする非水電解液電池の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、炭素質材料を負極に用いる非水電解液電池及びその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 たとえば負極材料としてリチウムを、電解液として非水溶媒に電解質を溶解してなるものを用いた非水電解液電池は、自己放電が少なく、作動電圧が高く、保存性能が優れている等の特徴を有している。このため、長期間使用に耐え、信頼性が高いことから、時計や種々のメモリーバックアップ用電源として広く利用されており、さらにビデオカメラや小型オーディオ機器、マイクロコンピュータ等のポータブル機器の電源としても注目されている。

【0003】 ところで、上述の非水電解液電池を含めて非水電解液電池は、一次電池仕様のものが主流であるが、ビデオカメラ等のポータブル機器の電源として使用するには、経済性を考慮すると再充電可能な二次電池仕様であることが望ましく、さらには、軽量且つ大容量であることも望まれる。このような点から、非水電解液電池は、二次電池化、軽量化、大容量化へ向けて研究・開発が進められている。

【0004】 二次電池仕様の非水電解液電池としては、負極材料としてリチウム、リチウム合金あるいはリチウム吸蔵物質を、正極材料としてMnO<sub>2</sub>、TiS<sub>2</sub>、M<sub>o</sub>O<sub>3</sub>、MoS<sub>2</sub>、V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、WO<sub>3</sub>、LiCoO<sub>2</sub>等を用いたものが提案されている。

【0005】 その中で特に、負極材料としてリチウムのドープ・脱ドープ可能な炭素質材料を、正極材料としてリチウム・コバルト複合酸化物もしくはリチウム・ニッケル・コバルト複合酸化物を使用した非水電解液二次電池は、作動電圧が高く、高いエネルギー密度が得られるとともにサイクル性能が金属リチウムあるいはリチウム合金を負極活物質として使用する非水電解液二次電池に比較して格段に優れることから大いに期待されている。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】 ところで、上述のような炭素質材料を負極材料として使用する非水電解液二次電池において、電解液としては、通常、非水溶媒に電解

質としてLiAsF<sub>6</sub>、LiPF<sub>6</sub>、LiBF<sub>4</sub>、LiCF<sub>3</sub>SO<sub>3</sub>、LiCF<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>、LiClO<sub>4</sub>、が溶解されてなるものが用いられ、このうち特にLiAsF<sub>6</sub>とLiPF<sub>6</sub>が溶解された電解液を用いると良好な充放電性能が得られることが報告されている。

【0007】 しかしながら、炭素質材料を負極材料として使用する非水電解液二次電池は、LiAsF<sub>6</sub>、LiPF<sub>6</sub>、LiBF<sub>4</sub>、LiCF<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>が溶解された電解液を使用すると、充放電性能は得られるものの充放電を繰り返すと容量が著しく低下するといった問題がある。

【0008】 これは、電解液中のLiAsF<sub>6</sub>、LiPF<sub>6</sub>、LiBF<sub>4</sub>、LiCF<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>から遊離する酸分、特にフッ酸分が原因であることが見いだされている。すなわち、電解液として例えばプロピレンカーボネート(PC)と1,2ジメトキシエタン(DME)の等量混合液にLiPF<sub>6</sub>を1mol/1溶解させた電解液を45°Cで保存すると初期の遊離酸分が200 ppmに、10日後には2000 ppmに増加する。この遊離酸分が増えた電解液を上述の電池に用い、高温条件下において充放電を行うと、4.10V以上の充電電圧で活物質の溶解や電解液の分解が起こり電池の放電容量が著しく低下する。

【0009】 電解液中の遊離フッ酸分は、金属リチウムを負極として用いる非水電解液電池では、負極の金属リチウムと反応してフッ化リチウムを生成するため、電池性能に特に影響をおよぼさない。しかし、炭素質材料を負極として用いる非水電解液二次電池では、このような安定化合物の生成反応が生じないため、活物質の溶解、非水溶媒の分解を引き起こし、結果的に電池容量を著しく低下させることとなる。電解質からのフッ酸遊離を防止するために、電解液に電解質を安定に存在させるため種々の添加剤を加える方法が提案されている。しかしながら、電解液に添加剤を加えると、添加剤自身の電池性能への影響が大きく、やはり、満足のいく特性は得られない。

【0010】 そこで本発明は、かかる従来の実情に鑑みて提案されたものであって、電解液の安定性が高く、充放電サイクル性能に優れた非水電解液電池を提供することを目的とする。

## 【0011】

【課題を解決するための手段】 上述の目的を達成するために、本発明の非水電解液電池は、リチウムのドープ・脱ドープ可能な炭素質材料よりなる負極と、正極と、非水溶媒に電解質が溶解されてなる非水電解液を有してなる非水電解液電池において、上記非水電解液の遊離酸分が100 ppm以下であることを特徴とするものである。

【0012】 また、本発明の製造方法は、非水電解液を調製するに際し、非水溶媒に電解質を溶解した後、遊離酸分を化学吸着または化学反応により除去することを特

徴とするものである。

【0013】本発明の非水電解液電池では、負極材料として炭素質材料を使用する。炭素質材料を負極材料として使用する非水電解液電池は、 $\text{LiAsF}_6$ 、 $\text{LiPF}_6$ 、 $\text{LiBF}_4$ 、 $\text{LiCF}_3\text{CO}_2$  が溶解された電解液を使用した場合に良好な充放電性能を発揮する。ところが、このような電解液は、電解質からフッ酸が遊離するため、これによって活物質の溶解、非水溶媒の分解を誘発し、電池容量が著しく低下させる。

【0014】そこで、本発明においては、このような電池容量の低下を防止するために、電解液の遊離酸分濃度を 100 ppm 以下、好ましくは 50 ppm 以下に規制する。電解液の遊離酸分を 100 ppm 以下に規制することにより、遊離フッ酸による活物質の溶解、非水溶媒の分解が抑えられ、良好な充放電サイクル性能を発揮するものとなる。

【0015】遊離酸分が 100 ppm 以下の電解液を調製するには、非水溶媒に電解質を溶解した後、この電解質溶液に対して遊離酸分除去処理を施せばよい。

【0016】遊離酸分除去処理としては、遊離酸分を化学吸着する粉末を用い、この化学吸着粉末に遊離酸分を吸着させる方法、遊離酸分を化学反応させて化合物を生成する方法、蒸留によって遊離酸分を除去する方法等があるが、操作が簡単であるとともに電解質に対する影響がほとんどないことから化学吸着粉末を用いる方法が好適である。すなわち、化合物を生成する方法では、最終的に生成化合物を化学吸着物質等によって除去しなければならないため、工程数が多く、操作が煩雑であり、蒸留を用いる方法では、電解質が高温条件下において不安定であるため、電解液の特性が劣化する虞れがある。

【0017】化学吸着粉末を用いる方法において、化学吸着粉末としては、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{BaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、活性炭、モレキュラーシーブ、微粉化二酸化珪素、各種金属酸化物の微粉末、熱処理したアセチレンブラック、コークス類等が使用される。

【0018】これら化学吸着粉末を使用して溶液中の遊離酸分を除去するには、たとえば溶液中に化学吸着粉末を添加して攪拌し、攪拌後、溶液を沪過する、あるいは化学吸着粉末をカラムに充填し、このカラムに溶液を通過させればよい。

【0019】なお、上記非水電解液電池において負極材料として使用される炭素質材料は、ポリアセチレン、ポリビロール等の導電性ポリマー、あるいはコークス、ポリマー炭、カーボン・ファイバー等の炭素材料を用いることができるが、単位体積当りのエネルギー密度が大きい点から、炭素質材料を使用することが望ましい。炭素質材料としては、熱分解炭素類、コークス類（石油コークス、ピッチコークス、石炭コークス等）、カーボンブラック（アセチレンブラック等）、ガラス状炭素、有機高分子材料焼成体（有機高分子材料を 500°C 以上の適

当な温度で不活性ガス気流中、あるいは真空中で焼成したもの）、炭素繊維等が用いられる。

【0020】一方、正極材料としては、二酸化マンガン、五酸化バナジウムのような遷移金属酸化物や、硫化鉄、硫化チタンのような遷移金属カルコゲン化物、さらにはこれらとリチウムとの複合化合物などを用いることができる。特に、高電圧、高エネルギー密度が得られ、サイクル特性にも優れることから、リチウム・コバルト複合酸化物やリチウム・コバルト・ニッケル複合酸化物が望ましい。

【0021】電解液に用いる有機溶媒としては、特に限定されるものではないが、プロピレンカーボネート、エチレンカーボネート、ブチレンカーボネート、アブチルラクトン、1, 2-ジメトキシエタン、1, 2-ジエトキシエタン、テトラヒドロフラン、2-メチルテトラヒドロフラン、1, 3-ジオキソラン、4-メチル-1, 3-ジオキソラン、ジグライム類、トリグライム類、スルホラン、炭酸ジメチル、炭酸ジエチル、炭酸ジプロピル等の単独もしくは二種以上の混合溶媒が使用できる。

## 20 【0022】

【作用】本発明では、炭素質材料を負極材料に使用する非水電解液電池において、電解液の遊離酸分濃度を 100 ppm 以下と低く抑える。遊離酸分の多い電解液を使用する非水電解液電池では、電解液中に存在する活物質の金属成分が高電位による溶解反応を引き起こしやすい状態になっており、遊離酸分の作用によって金属成分が容易に腐食・溶解し、充放電サイクルに伴う容量低下が大きい。

【0023】遊離酸分濃度が 100 ppm 以下の電解液 30 を使用する非水電解液電池では、このような遊離酸分によって引き起こされる容量低下が防止されるので、良好な充放電サイクル特性を発揮する。なお、遊離酸分濃度が 100 ppm 以下の電解液は、電解質溶液をたとえば  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉末等に接触させることによって該粉末に遊離酸分を化学的に吸着させ、除去することにより容易に調製される。

## 【0024】

【実施例】以下、本発明の具体的な実施例について実験結果に基づいて説明する。

## 40 【0025】実施例1

本実施例で作製した非水電解液電池の構成を図 1 に示す。

【0026】まず、負極 1 は次のようにして作製した。出発原料として石油ピッチを用い、これに酸素を含む官能基を 10~20% 導入（いわゆる酸素架橋）した後、不活性ガス気流中 1000°C で熱処理して、ガラス状炭素に近い性質を持った炭素材料を得た。この炭素材料について X 線回折測定を行った結果、(002) 面の面間隔は 3.76 Å であった。この炭素材料を粉碎し、平均粒径 10  $\mu\text{m}$  の炭素材料粉末とした。

【0027】この様にして得た炭素材料粉末を負極活物質とし、この炭素材料粉末90重量部、結着剤となるポリフッ化ビニリデン(PVDF)10重量部を混合し、負極合剤を調製した。この負極合剤を溶剤となるN-メチル-2-ピロリドンに分散させてスラリー状にした。そして、この負極合剤スラリーを負極集電体9となる厚さ10μmの帯状の銅箔の両面に均一に塗布して乾燥させた後、ロールプレス機で圧縮成形し、帯状負極1を作製した。

【0028】次に、正極2は次のように作製した。正極活物質(LiCoO<sub>2</sub>)は、炭酸リチウム0.5モルと炭酸コバルト1モルを混合し、900°Cで5時間空気中において焼成して得た。このLiCoO<sub>2</sub>91.0重量部と結着剤となるポリフッ化ビニリデン3重量部を混合して正極合剤を調製した。この正極合剤を溶剤となるN-メチル-2-ピロリドンに分散させてスラリー状とした。この正極合剤スラリーを正極集電体10となる厚さ20μmの帯状アルミニウム箔の両面に均一に塗布して乾燥させた後、ロールプレス機で圧縮成形し、帯状正極2を作製した。

【0029】帯状負極1と帯状正極2および厚さ25μmの微孔性ポリプロピレンフィルムより成るセパレータ3を負極1、セパレータ3、正極2、セパレータ3の順序に積層し、この積層体を渦巻体に多数回巻回することによって、図1に示したような渦巻式電極素子を作製した。

【0030】このようにして作製した渦巻式電極素子をニッケルメッキを施した鉄製容器5に収納した。渦巻式電極素子上下両面には絶縁板4を配置し、アルミニウム製正極リード12を正極集電体10から導出して電池蓋7に、ニッケル製負極リード11を負極集電体9から導出して電池缶5に接続した。

【0031】次に、電池缶内に注入する電解液を以下のようにして調製した。プロピレンカーボネート(PC)50容量%と1,2-ジメトキシエタン(DME)50容量%を混合した溶媒中にLiPF<sub>6</sub>を1mol/1溶解させた。そして、この溶液を乾燥したBaO粉末が充填されたカラムを通過させ、遊離酸分濃度を測定した。

【0032】遊離酸分濃度を測定するには、まず、試料10gをドライボックス中(水分100ppm以下)で化学天秤を用いて共栓付きフラスコに精秤し、分取した。次いで、予め氷:蒸留水が50:50なる割合となるように混合した冷水を上記試料に加え100mlとし、さらに指示薬としてプロムチモールブルー粉末を20g加え、溶液温度を0~5°Cとした。そして、この溶液について、予めファクターFが求められているN/10NaOH溶液を用いて中和点をもとめた。なお、終点は橙色から青紫色に変わり青紫色が5秒間持続した点とした。もとめられた中和点より以下の式に基づいて酸分濃度を計算した。

【0033】C = (0.002 × A × F / S) × 100

A: 中和点(m1)

C: 酸分濃度(重量%)

F: NaOHのファクターF

S: 試料重量(g)

その結果、上記電解液の酸分濃度は、30ppmであった。

【0034】このようにして調製した電解液を電池缶内に注入し、アスファルトを塗布した絶縁封口ガスケット6を介して電池缶5をかしめることで電池蓋7を固定し、直径20mm、高さ50mmの円筒非水電解液電池(実施例電池1)を作製した。

【0035】そして、作製した電池について、充電電流1A、充電時間2.5時間、上限電圧4.1Vの条件で充電を行い、抵抗6オーム、終止電圧2.5Vの条件で放電する充放電サイクルを繰り返し行った。そして、10サイクル目および100サイクル目の放電容量を測定した。その結果を表1に示す。

【0036】実施例2

20 電解液を調製するに際し、PC50容量%、DME50容量%の混合溶媒中にLiPF<sub>6</sub>を1mol/1溶解して電解質溶液を調製し、この電解質溶液を、乾燥MgO粉末の充填カラムを通過させたこと以外は実施例1と同様にして非水電解液電池(実施例電池2)を作製した。なお、調製した電解液の遊離酸分は45ppmであった。

【0037】作製した非水電解液電池について実施例1と同様にして充放電サイクルを繰り返し行い、10サイクル目および100サイクル目の放電容量を測定した。

30 その結果を表1に示す。

【0038】実施例3

電解液を調製するに際し、PC50容量%とDME50容量%を混合した溶媒中にLiPF<sub>6</sub>を1mol/1溶解して電解質溶液を調製し、この電解質溶液を、乾燥したAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末の充填カラムを通過させたこと以外は実施例1と同様にして非水電解液電池(実施例電池3)を作製した。なお、調製した電解液の遊離酸分は35ppmであった。

【0039】作製した非水電解液電池について実施例1と同様にして充放電サイクルを繰り返し行い、10サイクル目および100サイクル目の放電容量を測定した。その結果を表1に示す。

【0040】実施例4

電解液を調製するに際し、PC50容量%とDME50容量%を混合した溶媒中にLiPF<sub>6</sub>を1mol/1溶解して電解質溶液を調製し、この電解質溶液を、乾燥した炭素(活性炭)粉末の充填カラムを通過させたこと以外は実施例1と同様にして非水電解液電池(実施例電池4)を作製した。なお、この電解液の遊離酸分は75ppmであった。

50

【0041】作製した非水電解液電池について実施例1と同様にして充放電サイクルを繰り返し行い、10サイクル目および100サイクル目の放電容量を測定した。その結果を表1に示す。

**【0042】実施例5**

電解液を調製するに際し、PC50容量%とDME50容量%を混合した溶媒中にLiBF<sub>6</sub>を1mol/1溶解して電解質溶液を調製し、この電解質溶液を、乾燥したAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末の充填カラムを通過させたこと以外は実施例1と同様にして非水電解液電池（実施例電池5）を作製した。なお、この電解液の遊離酸分は30ppmであった。

【0043】作製した非水電解液電池について実施例1と同様にして充放電サイクルを繰り返し行い、10サイクル目および100サイクル目の放電容量を測定した。その結果を表1に示す。

**【0044】実施例6**

電解液を調製するに際し、PC50容量%とDME50容量%を混合した溶媒中にLiCF<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>を1mol/1溶解して電解質溶液を調製し、この電解質溶液を、乾燥したAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末の充填カラムを通過させたこと以外は実施例1と同様にして非水電解液電池（実施例電池6）を作製した。なお、この電解液の遊離酸分は60ppmであった。

【0045】作製した非水電解液電池について実施例1と同様にして充放電サイクルを繰り返し行い、10サイクル目および100サイクル目の放電容量を測定した。その結果を表1に示す。

**【0046】実施例7**

電解液を調製するに際し、PC50容量%と炭酸ジエチル（DEC）50容量%を混合した溶媒中にLiPF<sub>6</sub>を1mol/1溶解して電解質溶液を調製し、この電解質溶液を、乾燥したAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末の充填カラムを通過させたこと以外は実施例1と同様にして非水電解液電池（実施例電池7）を作製した。なお、この電解液の遊離酸分は25ppmであった。

【0047】このようにして作製した非水電解液電池について実施例1と同様にして充放電サイクルを繰り返し行い、10サイクル目および100サイクル目の放電容

量を測定した。その結果を表1に示す。

**【0048】比較例1**

電解液を調製するに際し、PC50容量%とDME50容量%を混合した溶媒中にLiPF<sub>6</sub>を1mol/1溶解し、この電解質溶液を遊離酸分除去処理を施さずにそのまま電解液として使用したこと以外は実施例1と同様にして非水電解液電池（比較例電池1）を作製した。なお、この電解液の遊離酸分は150ppmであった。

【0049】このようにして作製した非水電解液電池について実施例1と同様にして充放電サイクルを繰り返し行い、10サイクル目および100サイクル目の放電容量を測定した。その結果を表1に示す。

**【0050】比較例2**

電解液を調製するに際し、PC50容量%と炭酸ジエチル（DEC）50容量%を混合した溶媒中にLiPF<sub>6</sub>を1mol/1溶解し、この電解質溶液を遊離酸分除去処理を施さずにそのまま電解液として使用したこと以外は実施例1と同様にして非水電解液電池（比較例電池2）を作製した。なお、この電解液の遊離酸分は105ppmであった。

【0051】このようにして作製した非水電解液電池について実施例1と同様にして充放電サイクルを繰り返し行い、10サイクル目および100サイクル目の放電容量を測定した。その結果を表1に示す。

**【0052】比較例3**

電解液を調製するに際し、PC50容量%と炭酸ジエチル（DEC）50容量%を混合した溶媒中にLiPF<sub>6</sub>を1mol/1溶解させ、この電解質溶液を常温で6か月保存した後電解液として使用したこと以外は実施例1と同様にして非水電解液電池（比較例電池3）を作製した。なお、この電解液の遊離酸分は250ppmであった。

【0053】このようにして作製した非水電解液電池について実施例1と同様にして充放電サイクルを繰り返し行い、10サイクル目および100サイクル目の放電容量を測定した。その結果を表1に示す。

**【0054】**

**【表1】**

	10サイクル目の 放電容量 $S_{100}$ (mAh)	100サイクル目の 放電容量 $S_{10}$ (mAh)	容量保持率 $S_{100} / S_{10}$ (%)
実施例電池1	1050	960	91.4
実施例電池2	1045	950	90.9
実施例電池3	1050	955	91.0
実施例電池4	1040	900	86.5
実施例電池5	1050	960	89.4
実施例電池6	1045	910	87.1
実施例電池7	980	895	91.3
比較例電池1	1030	730	70.9
比較例電池2	980	835	85.2
比較例電池3	980	775	79.1

【0055】表1からわかるように、非水電解液電池においては、電解液の遊離酸分濃度が低いもの程、充放電サイクルに伴う容量低下が小さくなており、遊離酸分が100 ppm以下の中解液を用いた実施例電池1～実施例電池7はいずれも容量保持率(100サイクル目の放電容量/10サイクル目の放電容量)が高い。さらに遊離酸分が50 ppm以下と低い電解液を用いた実施例電池1～実施例電池3、実施例電池6、実施例電池7は容量保持率が89%以上となっている。

【0056】したがって、このことから、非水電解液電池において、電解質の遊離酸分濃度を規制することは容量保持率を向上させる上で有効であることがわかった。

【0057】

【発明の効果】以上の説明からも明らかなように、本発明の非水電解液電池においては、電解液の遊離酸分濃度を100 ppm以下と低く抑えているので、充放電サイクル性能、高温保存性能、自己放電性能、電解液の安定\*

\*性等の向上が可能である。しかも、電解液そのものの保存性能も向上できる。

【図面の簡単な説明】

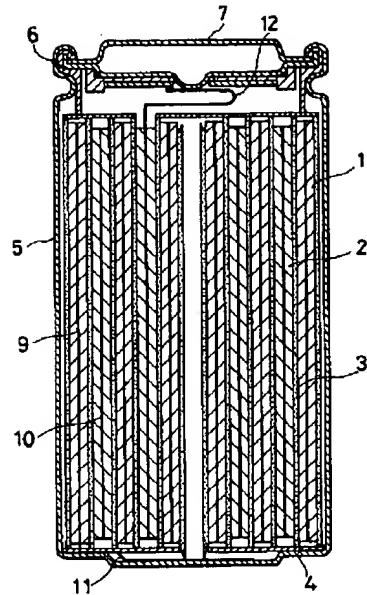
30 【図1】本発明の非水電解液電池の一例を示す概略縦断面図である。

【符号の説明】

1	・	・	負極
2	・	・	正極
3	・	・	セパレータ
4	・	・	絶縁板
5	・	・	電池缶
6	・	・	絶縁ガスケット
7	・	・	電池蓋
9	・	・	負極集電体
10	・	・	正極集電体
11	・	・	負極リード
12	・	・	正極リード

40

【図1】



## フロントページの続き

(72)発明者 小島 哲雄

埼玉県富士見市水谷東3-11-1 富山薬  
品工業株式会社志木工場内

(72)発明者 六角 隆広

埼玉県富士見市水谷東3-11-1 富山薬  
品工業株式会社志木工場内

(72)発明者 市川 和人

埼玉県富士見市水谷東3-11-1 富山薬  
品工業株式会社志木工場内

(72)発明者 藤野 高志

埼玉県富士見市水谷東3-11-1 富山薬  
品工業株式会社志木工場内

(72)発明者 鹿子木 洋一

埼玉県富士見市水谷東3-11-1 富山薬  
品工業株式会社志木工場内